

(12) NACH DEM VERT... ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
18. April 2002 (18.04.2002)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/31841 A2

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: H01B 1/20

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/11194

(22) Internationales Anmeldedatum:
27. September 2001 (27.09.2001)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
100 50 512.0 11. Oktober 2000 (11.10.2000) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): FIRMA CARL FREUDENBERG [DE/DE]; Höhn-
erweg 2-4, 69469 Weinheim (DE).

Am Schlossberg 16, 69469 Weinheim (DE). HELM-
BOLD, Axel [DE/DE]; Lützelsachsener Strasse 46, 69469
Weinheim (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AU,
AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CN, CR, CU, CZ, DM,
DZ, GD, GE, GH, GM, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP,
KR, KZ, LC, LK, LR, LS, MA, MD, MG, MK, MN, MW,
MX, MZ, NO, NZ, PL, RU, SD, SG, SL, TJ, TM, TR, TT,
TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW),
eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK,
ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR),
OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW,
ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): JÖRDER, Kurt
[DE/DE]; Odenwaldstrasse 14, 69469 Weinheim (DE).
SCHÄFER, Werner [DE/DE]; Carl-Diem-Strasse
11, 69488 Birkenau (DE). RETTIG, Hans [DE/DE];
Giessener Strasse 15, 64646 Heppenheim (DE).
SALAMA, Karim [DE/DE]; Waidallee 19, 69469
Weinheim (DE). BOCK, Achim [DE/DE]; Frankengasse
1-2, 69469 Weinheim (DE). WAGENER, Silke [DE/DE];

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu
veröffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe
der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: CONDUCTIVE NONWOVEN

(54) Bezeichnung: LEITFÄHIGER VLIESSTOFF

(57) Abstract: The invention relates to a conductive nonwoven, which is carbonized and/or graphitized and has a flexural strength
of < 8 Taber, a density of between 0.1 g/cm³ and 0.5 g/cm³, a thickness of between 80 µm and 500 µm and an electric conductivity
of between 10 and 300 S/cm in the nonwoven web and between 30 and 220 S/cm² perpendicular to the nonwoven web.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft einen leitfähigen Vliesstoff, der carbonisiert und/oder graphitiert ist und eine Biege-
steifigkeit < 8 Taber, eine Dichte von 0,1 g/cm³ bis 0,5 g/cm³, eine Dicke von 80 µm bis 500 µm und einer elektrischen Leitfähigkeit
von 10 bis 300 S/cm in der Vliesstoffbahn und 30 bis 220 S/cm² senkrecht zur Vliesstoffbahn besitzt.

BEST AVAILABLE COPY

5

Leitfähiger Vliesstoff

Beschreibung

10

Die Erfindung betrifft einen leitfähigen Vliesstoff.

Leitfähige Vliesstoffe werden als Gasdiffusionsschichten in Membrane Elektrode Assemblies (MEA's) für PEM-(proton exchange membrane)- Brennstoffzellen eingesetzt und müssen elektronenleitfähig und gasdurchlässig sein. Sie müssen weiterhin Kanalstrukturen zum Abtransport des während des Betriebs der Brennstoffzellen gebildeten Reaktionswassers aufweisen und eine Eigensteifigkeit bei limitierter Dichte besitzen. Weiterhin sollen Sie zumindest auf einer Seite eine hohe Oberflächenglätte aufweisen.

20

Üblicherweise werden heute zweidimensionale textile Werkstoffe wie leitfähige Gewebe oder nassgelegte Vliesstoffe als Ausgangsstoffe für Gasdiffusionsschichten verwendet. Aus dem Dokument JP 06/123050 sind Vliesstoffe mit Dicken von 0,3 bis 0,5 mm bekannt, die aus carbonisierungsfähigen polymeren Faserstoffen wie Polyacrylnitril (PAN) oder oxidierten Polyacrylnitrilen mit Flächengewichten von 100 bis 200 g/m² bestehen. Zum Erzielen der geforderten elektrischen Leitfähigkeit werden diese textilen Flächengebilde bei Temperaturen zwischen 1000 und 2100°C carbonisiert, wobei ein Kohlenstoffgehalt von ca. 90 bis 96 % erzielt wird und
30 gegebenenfalls graphitisiert, wobei ein Kohlenstoffgehalt > 99 % erreicht wird.

- Mit dem Carbonisierungs- bzw. Graphitisierungsprozess ist eine Reduzierung des Flächengewichts um 30 bis 60 Gewichtsprozent verbunden. Üblicherweise sind diese nunmehr leitfähigen Flächenstoffe steif und weisen eine relativ offene Struktur auf. Es ist bekannt, zu Erzielung der geforderten Steifigkeit und
- 5 zur Verbesserung der Leitfähigkeit in x, y und z-Richtung die Gewebe oder Vliesstoffe mit Dispersionen aus leitfähigen Partikeln wie Graphit oder Russ zu imprägnieren oder zu beschichten und zur Erzielung einer hohen Oberflächenglätte anschließend zu pressen.
- 10 Weiterhin ist es aus den Dokumenten JP 10/77624 oder JP 10/77625 bekannt, Gasdiffusionsschichten direkt aus Kohlenstofffasern in einem Nasslegeverfahren herzustellen, um damit ein anschließendes Carbonisieren der Precursorfasern entbehrlich zu machen. Als Bindemittel für die Kohlenstofffasern werden dabei Polyvinylalkohol (PVA)-Lösungen oder
- 15 Polyäthylenterephthalat (PET)-Substrate eingesetzt. Anschließend können die hydrophoben Eigenschaften der Gasdiffusionsschicht noch durch Ausrüsten mit einem Hydrophobierungsmittel wie Polytetrafluorethylen (PTFE)-Dispersionen und nachfolgendes Sintern eingestellt werden.
- 20 Die bekannten Verfahren zur Herstellung von Gasdiffusionsschichten für PEM-Brennstoffzellen besitzen den Nachteil, dass sie für den Transport und die Verarbeitung nicht aufgerollt werden können und dass sie zur Erzielung der geforderten Leitfähigkeiten mit leitfähigen Füllstoffen gefüllt werden müssen.
- 25 Die Erfindung hat sich die Aufgabe gestellt, einen leitfähigen Vliesstoff anzugeben, die die Nachteile des Standes der Technik überwindet.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch einen leitfähigen Vliesstoff gelöst, der carbonisiert und/oder graphitiert ist und eine Biegesteifigkeit $< 8 \text{ Taber}$, eine

Dichte von $0,1 \text{ g/cm}^3$ bis $0,5 \text{ g/cm}^3$, eine Dicke von $80 \text{ }\mu\text{m}$ bis $500 \text{ }\mu\text{m}$ und einer elektrischen Leitfähigkeit von 10 bis 300 S/cm in der Vliesstoffbahn und 30 bis 220 S/cm^2 senkrecht zur Vliesstoffbahn besitzt.

- 5 Der erfindungsgemäße leitfähige Vliesstoff wird erhalten aus präoxidierten Fasern als Vorstufe für Carbonfasern, die gegebenenfalls mit bis zu 30 Gew.% einer als Bindefaser dienenden Precursor- sowie mit bis zu 30 Gew.% einer wasserlöslichen Faser mit Fasertitern von 0,5 bis 6,7 dtex gemischt, zu einem Faserflor mit einem Flächengewicht von 60 bis 300 g/m^2 abgelegt, durch
10 Hochdruck-Fluidstrahlen bei Drücken von 100 bis 300 bar des Faserflors verfestigt, durch Kalandrierung des verfestigten Faservlieses um 50 bis 90 % seiner Ausgangsdicke verdichtet und unter einer Schutzgasatmosphäre bei 800°C bis 2500°C carbonisiert und/oder graphitiert sind. Der so erhaltene leitfähige Vliesstoff weist eine Kanalstruktur in Richtung der Schichtdicke des
15 Vliesstoffes auf. Die präoxidierten Fasern und gegebenenfalls Binde- sowie wasserlöslichen Fasern werden homogen gemischt und zu einem Faserflor abgelegt. Der Faserflor mit Flächengewichten von 30 bis 300 g/m^2 wird einer Verfestigungseinheit zugeführt, bei der die Fasern mittels hochenergetischer Wasserstrahlen bei Drücken von 100 bis 300 bar verwirbelt und miteinander
20 verschlungen werden. Ein Teil der Fasern weist nach dieser Behandlung eine Orientierung in Richtung der Z-Richtung (Dicke) des Vliesstoffes auf.

Vorzugsweise ist der leitfähige Vliesstoff einer, bei dem 80 bis 90 Gew.% einer Mischung von Binde- und präoxidierten Faser im Gewichtsverhältnis von 0 : 1
25 bis 1 : 3 und 10 bis 20 Gew.% einer wasserlöslichen Faser mit Fasertitern von 0,8 bis 3,3 dtex eingesetzt werden. Diese Zusammensetzung der Fasern und deren Feinheiten führen zu leitfähigen Vliesstoffen mit Porositäten von 70 bis 95. Vorzugsweise ist der leitfähige Vliesstoff weiterhin einer, bei dem zwei unterschiedlich wasserlösliche Fasern verwendet werden, von denen eine bei

Temperaturen von 10 bis 40°C wasserlöslich und die andere bei Temperaturen von 80 bis 120°C wasserlöslich ist. Durch die Verwendung von unterschiedlich wasserlöslichen Fasern werden die Fasern im Temperaturbereich von 10 bis 40 °C schon bei der Wasserstrahlverfestigung des Faserflores herausgelöst und definierte Kanäle in der Vliesschicht ausgebildet, die eine verbesserte Gasdurchlässigkeit und einen verbesserten Abtransport des entstehenden Reaktionswassers in der daraus hergestellten Gasdiffusionsschicht gestatten. Die erst im Temperaturbereich von 80 bis 120 °C wasserlöslichen Fasern verbleiben im verfestigten Vlies und werden im feuchten Zustand bedingt durch ihre Klebrigkeit zu Bindefasern. Das Vlies wird dazu im noch feuchten Zustand durch einen Kalandrier geführt und verdichtet.

Vorzugsweise ist der leitfähige Vliesstoff einer, bei dem das Verhältnis der wasserlöslichen Fasern zueinander 3:1 bis 1:3 beträgt. Durch dieses Verhältnis ist die Steifigkeit der Gasdiffusionsschicht und deren Porosität einstellbar.

Besonders bevorzugt ist ein leitfähiger Vliesstoff der aus mehreren Faserschichten mit unterschiedlichen Porengrößen aufgebaut ist, wobei die Fasern der einzelnen Schichten unterschiedliche Titer besitzen. Der progressive Aufbau des leitfähigen Vliesstoffes aus mehreren Faserschichten begünstigt die Transportreaktion zur Protonenaustauschermembran und den Abtransport des gebildeten Reaktionswassers.

Besonders bevorzugt sind leitfähige Vliesstoffe bei denen als Precursorfasern teilvernetzte Phenolharzfasern, Polyester- und/oder Polypropylenfasern als präoxidierte Fasern Homo-, Co- und/oder Terpolymere von PAN (Polyacrylnitril)-Fasern, Cellulosefaser und/oder Phenolharzfasern und als wasserlösliche Fasern PVA (Polyvinylalkohol)-Fasern eingesetzt werden. Die aus einem Vlies dieser Fasern erhaltene Gasdiffusionsfaserschicht lässt sich

zum einen gut carbonisieren und zum anderen gut hinsichtlich ihrer Porenverteilung und ihrer Steifigkeit einstellen.

Besonders bevorzugt ist ein leitfähiger Vliesstoff, der durch Aufbringen eines
5 Hydrophobierungsmittels wie PTFE (Polytetrafluorethylen) hydrophobiert ist. Durch die Hydrophobierung können die Transportvorgänge an den Phasengrenzflächen weiter verbessert werden.

Erfindungsgemäß werden der leitfähige Vliesstoff in der Weise hergestellt, dass

- 10 a) präoxidierte Fasern gegebenenfalls im Gemisch mit bis zu 30 Gew.% als Bindefasern dienenden carbonisierfähigen Precursorfasern und bis zu 30 Gew.% wasserlöslicher Fasern gemischt,
- b) auf trockenem Wege mittels Krempel- und/oder Kardiermaschinen zu einem Faserflor mit einem Flächengewicht von 60 bis 300 g/m² gelegt,
- 15 c) durch Hochdruck-Fluidstrahlen bei Drücken von 100 bis 300 bar verfestigt,
- d) bis zu einer Restfeuchte von 10 bis 50 % vorgetrocknet,
- e) bei Anpreßdrücken von 20 bis 1000 N/cm² und Temperaturen von 100 bis 400°C kalandriert und
- 20 f) bei Temperaturen zwischen 800 und 2500°C carbonisiert und/oder graphitiert wird.

Vorzugsweise erfolgt die Herstellung dadurch, dass im Schritt

- 25 a) Fasern mit einem Fasertiter von 0,8 bis 3,3 dtex und einer Faserlänge von 30 bis 70 mm eingesetzt werden,
- b) Faserflore mit einem Flächengewicht von 30 bis 180 g/m² gelegt werden und
- e) bei Anpreßdrücken von 40 bis 700 N/cm² und Temperaturen von 180 bis 300°C kalandriert und

f) bei Temperaturen zwischen 1000 und 1800°C carbonisiert sowie graphitiert wird.

Besonders bevorzugt ist, dass im Schritt

5 e) mindestens 2 Vliesstofflagen zusammen kalandriert werden.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand von Beispielen näher erläutert.

Beispiel 1

10

Eine präoxidierte PAN-Faser (oxidized PAN fiber – OPF) mit einem Fasertiter von 0,8 dtex und Faserlängen von 60 mm wird zu einem Faserflor mit einem Flächengewicht von 100 g/m² auf einer Kadieranlage abgelegt. Der Faserflor wird einer Verfestigungseinheit zugeführt, bei der die Fasern mittels
15 hochenergetischer Wasserstrahlen beidseitig bei Drücken von jeweils ca. 100 bar in der ersten Stufe und jeweils ca. 170 bar in einer zweiten Stufe verwirbelt und miteinander verschlungen werden. Der Vliesstoff wird bis zu einer Restfeuchte von 15 bis 20% vorgetrocknet. Im noch feuchten Zustand wird der Vliesstoff einem Filzbandkalandrierer zugeführt und bei einer Temperatur von ca.
20 220°C und 20 bar verdichtet. Durch den Kalandrierprozeß wird die Dicke des wasserstrahlverfestigten Vliesstoffes von 0,8 mm auf eine Dicke von 0,4 bis 0,5 mm reduziert. Anschließend wird der Vliesstoff einer Carbonisierungseinheit zugeführt in der unter einer Stickstoffatmosphäre bei etwa 1000 bis 1400°C die Carbonisierung erfolgt. Der erhaltene leitfähige Vliesstoff weist bei einer
25 Biegesteifigkeit <1 Taber und einer Luftdurchlässigkeit von 6,0 l/m²sPa eine Querleitfähigkeit, d.h. in der Schichtebene von 12 S/cm in Maschinenrichtung, 18 S/cm quer zur Maschinenrichtung auf und seine Durchgangsleitfähigkeit, d.h. senkrecht zur Schichtebene beträgt 90 S/cm², wobei dieser Wert bei einer

Flächenpressung von 4,07 bar ermittelt wurde. Seine Dichte beträgt 0,16 g/cm³, die Porosität 91% und der mittlere Porendurchmesser 25 µm.

Beispiel 2

5

Ein zweischichtiger Faserflor bestehend aus einer ersten Florlage mit einem Flächengewicht von 50 g/m² aus 80 Gew.% OPF mit einem Fasertiter von 1,2 dtex und einer Faserlänge von 60 mm sowie 20 Gew.% einer TTP-Faser (textile tow precursor) mit einem Fasertiter von 1,7 dtex und einer Faserlänge von 40 mm und einer zweiten Florlage mit einem Flächengewicht von 50 g/m² aus 80 Gew.% OPF mit einem Fasertiter von 0,8 dtex und einer Faserlänge von 60 mm sowie 20 Gew.% einer TTP-Faser mit einem Fasertiter von 0,8 dtex und einer Faserlänge von 40 mm, die auf einer Kardieranlage quergelegt wurden, werden einer Verfestigungseinheit zugeführt, bei der die Fasern mittels

10 hochenergetischer Wasserstrahlen beidseitig bei Drücken von jeweils ca. 120 bar in der ersten Stufe und jeweils ca. 190 bar in einer zweiten Stufe verwirbelt und miteinander verschlungen werden. Der Vliesstoff wird bis zu einer Restfeuchte von ca. 10% vorgetrocknet. Im noch feuchten Zustand wird der Vliesstoff einem Walzenkalandrier mit einer Stahlwalze und einer Baumwolle

20 beschichteten Walze zugeführt, wobei die Temperatur der Stahlwalze ca. 210°C und die der Baumwolle beschichteten Walze ca. 150°C betrug und mit einem Liniendruck von 80 kp/cm² verdichtet wird. Durch den Kalandrierprozeß wird die Dicke des wasserstrahlverfestigten Vliesstoffes von 0,8 mm auf eine Dicke von 0,16 mm reduziert. Anschließend wird der Vliesstoff einer

25 Carbonisierungseinheit zugeführt in der unter einer Stickstoffatmosphäre bei etwa 1000 bis 1400°C die Carbonisierung erfolgt. Der erhaltene leitfähige Vliesstoff weist bei einer Biegesteifigkeit von 1 Taber und einer Luftdurchlässigkeit von 2 l/m²sPa eine Querleitfähigkeit, d.h. in der Schichtebene von 54 S/cm in Maschinenrichtung, 54 S/cm quer zur

Maschinenrichtung auf und seine Durchgangsleitfähigkeit, d.h. senkrecht zur Schichtebene beträgt 120 S/cm^2 , wobei dieser Wert bei einer Flächenpressung von 4,07 bar ermittelt wurde. Seine Dichte beträgt $0,32 \text{ g/cm}^3$, die Porosität 82% und der mittlere Porendurchmesser $15 \text{ }\mu\text{m}$.

5

Beispiel 3

Eine präoxidierte PAN-Faser (oxidized PAN fiber – OPF) mit einem Fasertiter von 0,8 dtex und Faserlängen von 60 mm wird zu einem Faserflor mit einem Flächengewicht von 100 g/m^2 auf einer Kadieranlage abgelegt. Der Faserflor wird einer Verfestigungseinheit zugeführt, bei der die Fasern mittels hochenergetischer Wasserstrahlen beidseitig bei Drücken von jeweils ca. 100 bar in der ersten Stufe und jeweils ca. 170 bar in einer zweiten Stufe verwirbelt und miteinander verschlungen werden. Der Vliesstoff wird bis zu einer Restfeuchte von 15 bis 20% vorgetrocknet. Im noch feuchten Zustand wird der Vliesstoff einem Kalandrierbestehend aus einer Stahl- und einer Kunststoffwalze zugeführt und bei einer Temperatur von ca. 300°C und 250 kp/cm^2 verdichtet. Durch den Kalandrierprozeß wird die Dicke des wasserstrahlverfestigten Vliesstoffes von 0,9 mm auf eine Dicke von 0,14 mm reduziert. Anschließend wird der Vliesstoff einer Carbonisierungseinheit zugeführt in der unter einer Stickstoffatmosphäre bei etwa 1000 bis 1400°C die Carbonisierung erfolgt. Der erhaltene leitfähige Vliesstoff weist bei einer Biegesteifigkeit $<1 \text{ Taber}$ und einer Luftdurchlässigkeit von $1,0 \text{ l/m}^2\text{sPa}$ eine Querleitfähigkeit, d.h. in der Schichtebene von $93,7 \text{ S/cm}$ in Maschinenrichtung, 73 S/cm quer zur Maschinenrichtung auf und seine Durchgangsleitfähigkeit, d.h. senkrecht zur Schichtebene beträgt 195 S/cm^2 , wobei dieser Wert bei einer Flächenpressung von 4,07 bar ermittelt wurde. Seine Dichte beträgt $0,43 \text{ g/cm}^3$, die Porosität 78% und der mittlere Porendurchmesser $7 \text{ }\mu\text{m}$.

Patentansprüche

1. Leitfähiger Vliesstoff, dadurch gekennzeichnet, dass er carbonisiert und graphitiert ist und eine Biegesteifigkeit < 8 Taber, Dichte von $0,1 \text{ g/cm}^3$ bis $0,5 \text{ g/cm}^3$, eine Dicke von $80 \text{ }\mu\text{m}$ bis $500 \text{ }\mu\text{m}$ und einer elektrischen Leitfähigkeit von 10 bis 300 S/cm in der Vliesstoffbahn und 30 bis 220 S/cm^2 senkrecht zur Vliesstoffbahn besitzt.
2. Leitfähiger Vliesstoff nach Anspruch 1 erhalten aus präoxidierten Fasern für Carbonfasern, die gegebenenfalls mit bis zu 30 Gew.% einer als Binfaser dienenden Precursor- sowie bis zu 30 Gew.% einer wasserlöslichen Faser mit Fasertitern von $0,5$ bis $6,7 \text{ dtex}$ gemischt sind, Ablage zu einem Faserflor mit einem Flächengewicht von 30 bis 300 g/m^2 , Verfestigung des Faserflors durch Hochdruck-Fluidstrahlen bei Drücken von 100 bis 300 bar, Verdichtung des verfestigten Faservlieses durch Kalandrierung um 50 bis 90 % seiner Ausgangsdicke sowie Carbonisierung und/oder Graphitierung unter einer Schutzgasatmosphäre bei 800°C bis 2500°C .
3. Leitfähiger Vliesstoff nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass 80 bis 90 Gew.% einer Mischung von Precursor- und präoxidierten Faser im Gewichtsverhältnis von 0 : 1 bis 1 : 3 und 10 bis 20 Gew.% einer wasserlöslichen Faser mit Fasertitern von $0,8$ bis $3,3 \text{ dtex}$ eingesetzt werden.
4. Leitfähiger Vliesstoff einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass zwei unterschiedlich wasserlösliche Faser verwendet werden, von denen eine bei Temperaturen von 10 bis 40°C

wasserlöslich und die andere bei Temperaturen von 80 bis 120°C wasserlöslich ist.

- 5 5. Leitfähiger Vliesstoff nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis der wasserlöslichen Fasern zueinander 3:1 bis 1:3 beträgt.
- 10 6. Leitfähiger Vliesstoff nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus mehreren Faserschichten mit unterschiedlichen Porengrößen aufgebaut ist, wobei die Fasern der einzelnen Schichten unterschiedliche Titer besitzen.
- 15 7. Leitfähiger Vliesstoff nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens zwei durch Hochdruck-Fluidstrahlen verfestigte Faserviesschichten durch Kalandrierung verbunden sind.
- 20 8. Leitfähiger Vliesstoff nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass als Precurserfasern teilvernetzte Phenolharzfasern, Polyester- und/oder Polypropylenfasern als präoxidierte Fasern Homo-, Co- und/oder Terpolymere von PAN (Polyacrylnitril)-Fasern, Cellulosefaser und/oder Phenolharzfasern und als wasserlösliche Fasern PVA (Polyvinylalkohol)-Fasern eingesetzt werden.
- 25 9. Leitfähiger Vliesstoff nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass sie durch Aufbringen eines Hydrophobierungsmittel wie PTFE (Polytetrafluorethylen) hydrophobiert ist.

10. Verfahren zur Herstellung eines leitfähigen Vliesstoffes nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass

a) präoxidierte Fasern gegebenenfalls im Gemisch mit bis zu 30 Gew.% als Bindefasern dienenden carbonisierfähigen Precursorfasern und bis zu 30 Gew.% wasserlöslicher Fasern gemischt,

b) auf trockenem Wege mittels Krempel- und/oder Kardiermaschinen zu einem Faserflor mit einem Flächengewicht von 30 bis 300 g/m² gelegt,

c) durch Hochdruck-Fluidstrahlen bei Drücken von 100 bis 300 bar verfestigt,

d) bis zu einer Restfeuchte von 10 bis 50 % vorgetrocknet,

e) bei Anpreßdrücken von 20 bis 1000 N/cm² und Temperaturen von 100 bis 400°C kalandriert und

f) bei Temperaturen zwischen 800 und 2500°C carbonisiert sowie graphitiert wird.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass im Schritt

a) Fasern mit einem Fasertiter von 0,8 bis 3,3 dtex und einer Faserlänge von 30 bis 70 mm eingesetzt werden,

b) Faserflore mit einem Flächengewicht von 30 bis 180 g/m² gelegt werden und

e) bei Anpreßdrücken von 40 bis 700 N/cm² und Temperaturen von 180 bis 300°C kalandriert und

f) bei Temperaturen zwischen 1000 und 1800°C carbonisiert sowie graphitiert wird.

12. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass im Schritt

e) mindestens 2 Vliesstofflagen zusammen kalandriert werden.

13. Leitfähiger Vliesstoff nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass sie mit einer Dichte von $0,1 \text{ g/cm}^3$ bis $0,25 \text{ g/cm}^3$ als Basismaterial für Elektroden und Gasdiffusionsschichten eingesetzt werden.

5

14. Leitfähiger Vliesstoff nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass sie mit einer Dichte von $0,25 \text{ g/cm}^3$ bis $0,40 \text{ g/cm}^3$ als Gasdiffusionsschichten in Polymerelektrolyt-Brennstoffzellen eingesetzt werden.

10

15. Leitfähiger Vliesstoff nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass sie mit einer Dichte von $0,40 \text{ g/cm}^3$ bis $0,50 \text{ g/cm}^3$ als Elektroden in Superkondensatoren eingesetzt werden.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☒ OTHER: holes between words

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.